

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-240709
(43)Date of publication of application : 04.09.2001

(51)Int.CI. C08L 23/00
C08K 3/34
C08K 5/13
C08K 5/1575
C08K 5/521
C08K 5/5317
C08K 9/04

(21)Application number : 2000-054514 (71)Applicant : TOYOTA CENTRAL RES & DEV LAB INC
(22)Date of filing : 29.02.2000 (72)Inventor : HASEGAWA NAOKI
USUKI ARIMITSU
OKAMOTO HIROTAKA
KATO MAKOTO

(54) POLYMER COMPOSITE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a polymer composite which contains a crystalline olefin polymer and a layered clay mineral well dispersed therein and has a sufficiently high heat distortion temperature.

SOLUTION: This polymer composite contains a crystalline olefin polymer, an organized layered clay mineral, and an organic compound capable of forming crystal nuclei for the crystalline olefin polymer.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-240709

(P2001-240709A)

(43) 公開日 平成13年9月4日 (2001.9.4)

(51) Int.Cl.⁷

C 08 L 23/00

C 08 K 3/34

5/13

5/1575

5/521

識別記号

F I

C 08 L 23/00

テーマコード(参考)

4 J 0 0 2

C 08 K 3/34

5/13

5/1575

5/521

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願2000-54514(P2000-54514)

(22) 出願日

平成12年2月29日 (2000.2.29)

(71) 出願人 000003609

株式会社豊田中央研究所

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番
地の1

(72) 発明者 長谷川 直樹

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番
地の1 株式会社豊田中央研究所内

(72) 発明者 白井 有光

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番
地の1 株式会社豊田中央研究所内

(74) 代理人 100088155

弁理士 長谷川 芳樹 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高分子複合材

(57) 【要約】

【課題】 結晶性ポリオレフィン系高分子と層状粘土鉱物とを含む高分子複合材であって、層状粘土鉱物の分散性が良好であり、且つ熱変形温度が十分に高い高分子複合材を提供すること。

【解決手段】 結晶性ポリオレフィン系高分子と、有機化された層状粘土鉱物と、該結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶核形成能を有する有機化合物とを含有することを特徴とする高分子複合材。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 結晶性ポリオレフィン系高分子と、有機化された層状粘土鉱物と、該結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶核形成能を有する有機化合物とを含有することを特徴とする高分子複合材。

【請求項2】 前記有機化合物が、1～6個の水酸基を有するヒドロキシ化合物、アリールアルキレン基を有する前記ヒドロキシ化合物、1～6個のリン酸エ斯特ル基及び／又は1～6個のホスホン酸基を有するリン含有化合物、前記リン含有化合物の金属塩、アリールカルボン酸エ斯特ル基を有する化合物、およびアリールカルボン酸金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一つの化合物であることを特徴とする請求項1記載の高分子複合材。

【請求項3】 前記結晶性ポリオレフィン系高分子の少なくとも一部が、極性基を有する結晶性ポリオレフィン系高分子であること特徴とする請求項1または2記載の高分子複合材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高分子複合材に関し、より詳しくは、結晶性ポリオレフィン系高分子と層状粘土鉱物とを含む高分子複合材に関する。

【0002】

【従来の技術】高分子の機械的特性や剛性を改良するために、カオリナイトやモンモリノナイト等の層状粘土鉱物を添加することが従来より行われている。層状粘土鉱物を添加するにあたり、オニウムイオンを有する有機物（有機化剤）等で処理した層状粘土鉱物を用いることにより、高分子中における層状粘土鉱物の分散性を向上させることが可能である。

【0003】層状粘土鉱物を分散する高分子として、ポリオレフィン系高分子のような無極性高分子を用いた場合には、層状粘土鉱物が有機化剤により処理されている場合であっても、層状粘土鉱物の分散が不十分になることがある。このような場合は、例えば、特開平10-182892号公報に開示のように、ポリオレフィン系高分子と有機化剤により処理された層状粘土鉱物に、極性の官能基（極性基）を有するポリオレフィン系オリゴマーを添加することにより、層状粘土鉱物の分散性を向上させることが可能である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記特開平10-182892号公報に開示の方法によれば、層状粘土鉱物の微分散により剛性の向上は達成できるものの、熱変形温度の点においては必ずしも十分とはいえないかった。

【0005】本発明は、このような技術的課題に鑑みてなされたものであり、結晶性ポリオレフィン系高分子と層状粘土鉱物とを含む高分子複合材であって、層状粘土

鉱物の分散性が良好であり、且つ熱変形温度が十分に高い高分子複合材を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の目的を達成すべく鋭意研究を重ねた結果、結晶性ポリオレフィン系高分子と有機化された層状粘土鉱物に、該結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶核形成能を有する有機化合物を添加することにより、結晶性ポリオレフィン系高分子の少なくとも一部が極性基を有するものである場合であっても、層状粘土鉱物の分散性が良好で、且つ熱変形温度が十分に高い高分子複合材を得ることができることを見出し、本発明を完成させた。

【0007】すなわち、本発明の高分子複合材は、結晶性ポリオレフィン系高分子と、有機化された層状粘土鉱物と、該結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶核形成能を有する有機化合物とを含有することを特徴とする。

【0008】本発明者らはいかなる理論にも制約されることを望むものではないが、本発明の高分子複合材は上記構成を有するため、結晶核形成能を有する有機化合物

が層状粘土鉱物の周囲に偏在し、層状粘土鉱物とポリオレフィン系高分子の界面におけるポリオレフィン系高分子の結晶性が向上するため、本発明の高分子複合材の熱変形温度を十分に高くすることができる。また、有機化された層状粘土鉱物を使用しているため層状粘土鉱物の分散性が良好となる。

【0009】本発明においては、前記有機化合物が、1～6個の水酸基を有するヒドロキシ化合物、アリールアルキレン基を有する前記ヒドロキシ化合物、1～6個のリン酸エ斯特ル基及び／又は1～6個のホスホン酸基を有するリン含有化合物、前記リン含有化合物の金属塩、アリールカルボン酸エ斯特ル基を有する化合物、およびアリールカルボン酸金属塩からなる群より選ばれる少なくとも一つの化合物であることが好ましい。

【0010】上記の有機化合物は、水酸基、リン酸エ斯特ル基、ホスホン酸基、カルボン酸エ斯特ル基等を有するため、有機化された層状粘土鉱物との間で大きな相互作用を有する。したがって、このような有機化合物は層状粘土鉱物の周囲により多く偏在する傾向にある。これにより、層状粘土鉱物の周囲において結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶核がより多く形成され、層状粘土鉱物の周囲における結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶性が向上し、得られる高分子複合材の熱変形温度がより高くなる傾向にある。

【0011】本発明においては、前記結晶性ポリオレフィン系高分子の少なくとも一部が、極性基を有する結晶性ポリオレフィン系高分子であることが好ましい。

【0012】結晶性ポリオレフィン系高分子の少なくとも一部が、極性基を有する結晶性ポリオレフィン系高分子である場合においては、有機化された層状粘土鉱物と結晶性ポリオレフィン系高分子の極性基との相互作用に

より、層状粘土鉱物の周囲において極性基を有する結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶化が阻害される。しかしながら、本発明においては、結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶核形成能を有する有機化合物が層状粘土鉱物の周囲に偏在しているために、層状粘土鉱物の周囲において結晶化が阻害されることなく、結晶成長が促進するために、層状粘土鉱物の周囲において結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶性がより向上し、得られる高分子複合材の熱変形温度がより高くなる傾向にある。

{0013}

【発明の実施の形態】以下、本発明の好適な実施形態についてさらに詳細に説明する。

【0014】本発明の高分子複合材は、結晶性ポリオレフィン系高分子と、有機化された層状粘土鉱物と、該結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶核形成能を有する有機化合物とを含有する。

【0015】本発明において用いられる結晶性ポリオレフィン系高分子は、示差走査熱量測定、X線回折、粘弾性測定、NMR測定等の公知の結晶性測定法のいずれかにおいて結晶性が観察されうるポリオレフィン系高分子であればよく、結晶化度、結晶の形状、立体規則性（タクチシティー）、官能基の有無等に関して特に制限はない。

【0016】結晶性ポリオレフィン系高分子としては、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン、ポリベンテン、ポリヘキセン等の α オレフィンのホモポリマー；エチレン-プロピレン共重合体、エチレン- α オレフィン共重合体等のエチレン系コポリマー等を用いることが可能である。また、上記の結晶性ポリオレフィン系高分子であって、無水マレイン酸基、水酸基、カルボキシル基、アミド基、アミノ基、ウレタン基、エステル基、イミド基、マレイミド基、ハロゲン基、エーテル基、チオエーテル基、エポキシ基等の極性基を有する結晶性ポリオレフィン系高分子も使用可能である。これらの結晶性ポリオレフィン系高分子は単独で、もしくは2種以上を組み合わせて使用することができる。

【0017】本発明においては、結晶性ポリオレフィン系高分子の少なくとも一部が上記のような極性基を有する結晶性ポリオレフィン系高分子であることが好ましい。また、極性基を有しない結晶性ポリオレフィン系高分子を用いる場合においては、結晶性が高いことから、ポリエチレンおよびポリプロピレンを用いることが好ましい。

【0018】本発明においては、有機化された層状粘土鉱物を用いるが、層状粘土鉱物としては、例えば、カオリナイト、ハロサイト等のカオリナイト族；モンモリロナイト、バイデライト、サボナイト、ヘクトライト、マイカ等のスメクタイト族；バーミキュライト族等の層状粘土鉱物が挙げられる。層状粘土鉱物は天然物由来のものでも、天然物の処理品でも、膨潤性のフッ素化マイカ

のように合成品でもよい。上記の層状粘土鉱物は単独で用いてもよく2種類以上を組み合わせて用いてもよい。なお、全陽イオン交換容量は10~300 meq/100gであることが好ましく、50~200 meq/100gであることがより好ましい。

【0019】本発明において有機化とは、有機物を上記の層状粘土鉱物の表面及び／又は層間に物理的、化学的方法により吸着及び／又は結合させることを意味する。また、有機化剤とはこのような吸着及び／又は結合が可能な有機物をいい、溶媒中でイオンを生じる極性基を有する有機化合物が通常用いられる。

[0030] 有機化剤の種類は特に制限されないが、園

[ひと言] 有機化合物の性質は特に制限されないが、層状粘土鉱物との反応性に優れる等の観点から、有機オニウム化合物を用いることが好ましい。有機オニウム化合物としては、有機アンモニウム化合物、有機ホスホニウム化合物、有機ビリジニウム化合物、有機スルホニウム化合物等が挙げられ、なかでも、生じる有機オニウムイオンの反応性が良好なことから、有機アンモニウム化合物及び有機ホスホニウム化合物を用いることがより好ましい。

〔0021〕上記の有機オニウム化合物における孤立電子対を有する原子（例えば、有機アンモニウム化合物においては窒素原子）に結合する有機基の炭素数は特に制限されないが、最長鎖の有機基の炭素数は6～30であることが好ましく、10～30であることがより好ましい。最長鎖の炭素数が6未満である場合は、層状粘土鉱物の有機化の効果が不十分になる傾向にあり、30を超す場合は結晶性ポリオレフィン系高分子中における層状粘土鉱物の分散が不十分になる傾向にある。また、上記の有機オニウム化合物における孤立電子対を有する原子に結合する有機基の数は1以上、結合が許される最大数以下である。なお、この有機基はカルボキシル基、水酸基、チオール基、ニトリル基等の置換基を有していてもよい。

【0022】有機化剤として用いられる有機アンモニウム化合物としては、第一級、第二級、第三級及び第四級の有機アンモニウム化合物がいずれも使用できる。このようなアンモニウム化合物としては、ヘキシリルアンモニウム化合物、オクチルアンモニウム化合物、デシルアンモニウム化合物、ドデシルアンモニウム化合物、テトラデシルアンモニウム化合物、ヘキサデシルアンモニウム化合物、オクタデシルアンモニウム化合物、ヘキシルトリメチルアンモニウム化合物、オクチルトリメチルアンモニウム化合物、デシルトリメチルアンモニウム化合物、ドデシルトリメチルアンモニウム化合物、テトラデシルトリメチルアンモニウム化合物、ヘキサデシルトリメチルアンモニウム化合物、オクタデシルトリメチルアンモニウム化合物、ドデシルジメチルアンモニウム化合物、ジオクタデシルアンモニウム化合物、ジオクタデシルジメチルアンモニウム化合物。

ニウム化合物等が挙げられる。これらの有機アンモニウム化合物は単独で使用してもよいが2種類以上を組み合わせて使用してもよい。

【0023】層状粘土鉱物の有機化は、例えば、本出願人による特許第2627194号公報に開示されている方法により行うことができる。すなわち、層状粘土鉱物中のナトリウムイオン等の無機イオンを、上記の有機オニウム化合物から生じる有機オニウムイオン（例えば、有機アンモニウム化合物においては有機アンモニウムイオン）によりイオン交換することにより行うことができる。

【0024】有機オニウム化合物として有機アンモニウム化合物を用いる場合においては、例えば、次のような方法により有機化を行うことができる。すなわち、層状粘土鉱物が塊状の場合は、まずこれをポールミル等により粉碎し粉体化する。次いで、ミキサー等を用いてこの粉体を水中に分散させ層状粘土鉱物の分散物を得る。これとは別に、水に塩酸等の酸及び有機アミンを加え有機アンモニウム化合物の水溶液を調製する。この水溶液を上記層状粘土鉱物の分散物に加え混合することにより、層状粘土鉱物中の無機イオンが有機アンモニウム化合物から生じた有機アンモニウムイオンによりイオン交換される。そして、この混合物から水を除去することにより有機化された層状粘土鉱物を得ることができる。有機アンモニウム化合物や層状粘土鉱物の分散媒体としては、水以外にもメタノール、エタノール、プロパンオール、イソブロパノール、エチレングリコール、これらの混合物及びこれらと水の混合物等も使用することが可能である。

【0025】本発明においては、上述した結晶性ポリオレフィン系高分子と有機化された層状粘土鉱物に加えて、該結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶核形成能を有する有機化合物を使用する。

【0026】上記の結晶核形成能を有する有機化合物は、結晶性ポリオレフィン系高分子と溶融混合したときに、該結晶性ポリオレフィン系高分子が溶融状態から冷却固化する過程で結晶の核となり結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶化を促進することが可能な材料であればよく、特に制限はない。

【0027】このような有機化合物としては、1～6個の水酸基を有するヒドロキシ化合物、アリールアルキレン基を有する前記ヒドロキシ化合物、1～6個のリン酸エステル基及び／又は1～6個のホスホン酸基を有するリン含有化合物、前記リン含有化合物の金属塩、アリールカルボン酸エステル基を有する化合物、アリールカルボン酸金属塩を用いることが好ましい。なお、これらの有機化合物は単独で用いることもできるが、2種以上を組み合わせて用いてもよい。

【0028】1～6個の水酸基を有するヒドロキシ化合物としては、单糖類または单糖類の還元物である糖アル

コールを用いることができる。糖アルコールとしては、エリスリトール等のテトリトール；アラビニトール、キシリトール等のベンチトール；ソルビトール、マンニトール等のヘキシトール等が挙げられる。1～6個の水酸基を有するヒドロキシ化合物としては、1～6個の水酸基を有する芳香族化合物を用いることもできる。そのような化合物としては、1, 2, 4-トリヒドロキシベンゼン、o-ジヒドロキシベンゼン、m-ジヒドロキシベンゼン、p-ジヒドロキシベンゼン等が挙げられる。1～6個の水酸基を有し、且つアリールアルキレン基を有するヒドロキシ化合物としては、ベンジリデン基を有する糖アルコールが挙げられ、ベンジリデン基を有する糖アルコールとしては、ビス(3, 4-ジメチルベンジリデン)ソルビトール、ビス(p-メチルベンジリデン)ソルビトール（ゲルオールMDとして、新日本理化社から入手可能）、ビス(p-エチルベンジリデン)ソルビトール（NC-4として、三井化学社より入手可能）、ジベンジリデンソルビトール（EC-1として、イーシー化学社より入手可能）が好適に用いられる。また、ミリケン社から入手可能なM i l l a d 3 9 9 8；新日本理化社から入手可能な、ゲルオールMD-R、ゲルオールD、ゲルオールT、ゲルオールDH、ゲルオールDXおよびエヌジェスターも使用可能である。

【0029】1～6個のリン酸エステル基を有するリン含有化合物としては、2, 2'-メチレンビス(4, 6-ジt-ブチルフェニル)ホスフェートが挙げられ、1～6個のリン酸エステル基を有するリン含有化合物の金属塩としては、2, 2'-メチレンビス(4, 6-ジt-ブチルフェニル)ホスフェートナトリウム塩（アデカスタブNA-11として、旭電化社より入手可能）が挙げられる。また、旭電化社より入手可能な、NA-21も使用することができる。1～6個のホスホン酸基を有するリン含有化合物としては、エチレンジホスホン酸、プロピレンジホスホン酸、ブテンジホスホン酸、ベンテンジホスホン酸、ヘキセンジホスホン酸が挙げられ、1～6個のホスホン酸基を有するリン含有化合物の金属塩としては、前記リン含有化合物のナトリウム塩、カリウム塩が挙げられる。

【0030】アリールカルボン酸エステル基を有する化合物としては、安息香酸のエステルが挙げられ、アリールカルボン酸の金属塩としては、安息香酸の金属塩が挙げられる。なお、上記安息香酸は、置換基を有していてよい。安息香酸の金属塩としては、t-ブチル安息香酸アルミニウム、ヒドロキシージ(t-ブチル安息香酸)アルミニウム(AI-PTBBAとして、シェル化学社より入手可能)が挙げられる。

【0031】本発明の高分子複合材の製造方法は特に制限されない。すなわち、上述した結晶性ポリオレフィン系高分子と、有機化された層状粘土鉱物と、該結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶核形成能を有する有機化合

物とを混合する方法は特に制限はなく、例えば、これを結晶性ポリオレフィン系高分子の溶融温度以上に加熱して混練すればよい。このとき、前記3成分を一度に加熱混練してもよいが、結晶性ポリオレフィン系高分子と有機化された層状粘土鉱物とを混練して層状粘土鉱物が微細に分散した混練物を得た後に、その混練物に結晶核形成能を有する有機化合物を加えて更に混練してもよい。

【0032】加熱混練時には、適度なせん断力を加えることにより層状粘土鉱物の均一分散を促進させることができましく、加熱しつせん断力を加える手段としては押出機を用いることが好ましい。この際、有機溶媒、オイル等を添加することができ、溶融混練の途中もしくは後において、結晶性ポリオレフィン系高分子の架橋及び／又は加硫を行ってもよい。

【0033】結晶性ポリオレフィン系高分子と有機化された層状粘土鉱物の混合比は、前者100重量部に対して後者が好ましくは0.1～200重量部であり、より好ましくは0.1～30重量部であり、特に好ましくは0.5～10重量部である。層状粘土鉱物の重量部が0.1重量部未満である場合は、得られる高分子複合材の力学特性が十分でなくなる傾向にあり、他方、200重量部を超す場合は、高分子が連続層を形成できなくなる傾向にあり、高分子複合材の力学特性が低下し、また粘度が高くなり加工性が損なわれる傾向にある。

【0034】また、結晶性ポリオレフィン系高分子と該結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶核形成能を有する有機化合物の混合比は、前者100重量部に対して後者が好ましくは0.05～5重量部であり、より好ましくは0.1～2重量部であり、特に好ましくは0.1～1重量部である。後者の重量部が0.05重量部未満である場合は、結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶性の向上が不十分となり、得られる高分子複合材の熱変形温度が十分に高くならない傾向にある。他方、5重量部を超す場合は、結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶核形成能を有する有機化合物が異物として働く傾向にあり、得られる高分子複合材の熱変形温度及び／又は力学特性が不十分となる傾向にある。

【0035】なお、本発明においては、高分子複合材の特性を大きく損なわない限りにおいて、顔料、熱安定剤、難燃剤、酸化防止剤、耐候剤、離型剤、可塑剤、強化剤等を加えることができる。

【0036】以上説明したように、本発明の高分子複合材は、有機化された層状粘土鉱物が微分散しているために力学特性が良好であり、また、結晶核形成能を有する有機化合物の働きにより、結晶性が向上するために熱変形温度が高くなる。以下の実施例においても示されるように、有機化された層状粘土鉱物もしくは結晶核形成能を有する有機化合物のみを結晶性ポリオレフィン系高分子に加えた場合に比較して、層状粘土鉱物および結晶核

形成能を有する有機化合物の両者を加えた場合は熱変形温度の向上が顕著であるため、層状粘土鉱物および結晶核形成能を有する有機化合物が相乗効果を發揮しているものと考えられる。また、この相乗効果は、上述したように結晶核形成能を有する有機化合物の層状粘土鉱物周辺への局在化に起因するものと考えられる。このように、本発明の高分子複合材は良好な特性を有することから、自動車部品等の耐熱性および強度が要求される分野で特に好適に使用可能である。

10 【0037】

【実施例】以下、本発明の好適な実施例についてさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0038】(実施例1) ナトリウムモンモリロナイト

(クニミネ工業社製層状粘土鉱物、商品名：クニビアF、全陽イオン交換容量119 meq/100g) 80gを80°Cの水5000m1に分散させた。オクタデシルアミン31.1g、濃塩酸9.5m1を80°Cの水2000m1に溶解し、この溶液を先のモンモリロナイト

20 分散液中に加えたところ沈殿物を得た。この沈殿物を濾過し80°Cの水で3回洗浄した後に、凍結乾燥することにより有機化モンモリロナイト(これを、以下C18-Mtと呼ぶ)を得た。9.5重量部の無水マレイン酸変性ポリブロビレンP01015(エクソン社製、無水マレイン酸による変性量：0.2重量%、重量平均分子量：200,000)、5重量部のC18-Mt、1重量部のゲルオールMD(ビス(p-メチルベンジリデン)ソルビトール)を2軸押出機に投入し、220°Cで溶融混練し高分子複合材を得た。なお、得られた高分子複合材におけるモンモリロナイトは無機量で3.5重量%であった。この高分子複合材を用いて透過型電子顕微鏡観察を行った結果、C18-Mtの大部分は単層で微細に分散されていることがわかった。また、得られた高分子複合材を用いて125×12.5×6.5mmの試験片を調製し、ASTM D648に準じて熱変形温度を測定した。

【0039】(実施例2) 実施例1と同様にC18-Mtを作成し、P01015を97.5重量部、C18-Mtを2.5重量部とした他は、実施例1と同様にして

40 2軸押出機を用いて高分子複合材を得た。なお、得られた高分子複合材におけるモンモリロナイトは無機量で1.8重量%であった。この高分子複合材を用いて透過型電子顕微鏡観察を行った結果、C18-Mtの大部分は単層で微細に分散されていることがわかった。また、得られた高分子複合材を用いて実施例1と同様にして熱変形温度を測定した。

【0040】(実施例3) 実施例1と同様にC18-Mtを作成し、ゲルオールMDに代えて同一重量部のゲルオールMD-Rを用いた他は、実施例1と同様にして2軸押出機を用いて高分子複合材を得た。なお、得られた

高分子複合材におけるモンモリロナイトは無機量で3.5重量%であった。この高分子複合材を用いて透過型電子顕微鏡観察を行った結果、C18-Mtの大部分は単層で微細に分散されていることがわかった。また、得られた高分子複合材を用いて実施例1と同様にして熱変形温度を測定した。

【0041】(実施例4) 実施例1と同様にC18-Mtを作成し、ゲルオールMDに代えて同一重量部のゲルオールDHを用いた他は、実施例1と同様にして2軸押出機を用いて高分子複合材を得た。なお、得られた高分子複合材におけるモンモリロナイトは無機量で3.5重量%であった。この高分子複合材を用いて透過型電子顕微鏡観察を行った結果、C18-Mtの大部分は単層で微細に分散されていることがわかった。また、得られた高分子複合材を用いて実施例1と同様にして熱変形温度を測定した。

【0042】(実施例5) 実施例1と同様にC18-Mtを作成し、95重量部のP01015と5重量部のC18-Mtとを2軸押出機で200°Cにて溶融混練し混練物を得た。この混練物100重量部と、1重量部のゲルオールMDとを2軸押出機で220°Cにて溶融混練し高分子複合材を得た。なお、得られた高分子複合材におけるモンモリロナイトは無機量で3.5重量%であった。この高分子複合材を用いて透過型電子顕微鏡観察を行った結果、C18-Mtの大部分は単層で微細に分散されていることがわかった。また、得られた高分子複合材を用いて実施例1と同様にして熱変形温度を測定した。

【0043】(比較例1) P01015を用いて125×12.5×6.5mmの試験片を調製し、実施例1と同様にASTM D648に準じて熱変形温度を測定した。

【0044】(比較例2) 実施例1と同様にC18-Mtを作成し、95重量部のP01015と5重量部のC18-Mtとを2軸押出機で200°Cにて溶融混練し混練物を得た。なお、得られた混練物におけるモンモリロナイトは無機量で3.5重量%であった。この混練物を用いて透過型電子顕微鏡観察を行った結果、C18-Mtの大部分は単層で微細に分散されていることがわかった。また、得られた混練物を用いて実施例1と同様にして熱変形温度を測定した。

【0045】(比較例3) 100重量部のP01015と1重量部のゲルオールMDとを2軸押出機で220°C*

*にて溶融混練し混練物を得た。得られた混練物を用いて実施例1と同様にして熱変形温度を測定した。

【0046】実施例1~5及び比較例1~3で得られた熱変形温度をまとめて以下の表1に示す。

【0047】

【表1】

	熱変形温度 (°C)
実施例1	87
実施例2	79
実施例3	85
実施例4	85
実施例5	87
比較例1	71
比較例2	77
比較例3	75

【0048】表1に示された結果からわかるように、結晶性ポリオレフィン系高分子と、有機化された層状粘土鉱物と、該結晶性ポリオレフィン系高分子の結晶核形成能を有する有機化合物とを含む高分子複合材(実施例1~5)は、有機化された層状粘土鉱物と結晶核形成能を有する有機化合物のいずれも含有しない結晶性ポリオレフィン系高分子(比較例1)に比べて、8~16°Cの大幅な熱変形温度の向上が見られた。

【0049】また、実施例1~5で得られた高分子複合材は、有機化された層状粘土鉱物もしくは結晶核形成能を有する有機化合物のいずれかしか含有しない結晶性ポリオレフィン系高分子(比較例2または3)に比較しても熱変形温度が高く、結晶性ポリオレフィン系高分子に対して、有機化された層状粘土鉱物と結晶核形成能を有する有機化合物の両方を添加することにより相乗効果が生じて熱変形温度が向上することがわかった。なお、実施例1~5で得られた高分子複合材、及び比較例1~3で得られた材料の、JIS K7110に基づくアイソット衝撃試験の結果はいずれも80J/m以上であり、材料強度は充分であった。

【0050】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、結晶性ポリオレフィン系高分子と層状粘土鉱物とを含む高分子複合材であって、層状粘土鉱物の分散性が良好であり、且つ熱変形温度が十分に高い高分子複合材を提供することが可能となる。

フロントページの続き

(51)Int.CI.⁷
C08K 5/5317
9/04

識別記号

F I
C08K 5/5317
9/04

テーマコード(参考)

(72)発明者 岡本 浩孝

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番
地の1 株式会社豊田中央研究所内

(72)発明者 加藤 誠

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番
地の1 株式会社豊田中央研究所内

F ターム(参考) 4J002 BB031 BB051 BB121 BB151

BB171 DJ006 EC057 EJ017

EL107 EW047 EW127 FB086